

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003 年 8 月 21 日 (21.08.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/068696 A1

(51) 国際特許分類: C03B 15/12, C30B 29/48

(21) 国際出願番号: PCT/JP02/13165

(22) 国際出願日: 2002 年 12 月 17 日 (17.12.2002)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2002-035551 2002 年 2 月 13 日 (13.02.2002) JP
特願2002-208530 2002 年 7 月 17 日 (17.07.2002) JP
特願2002-249963 2002 年 8 月 29 日 (29.08.2002) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社
日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒105-8407 東京都 港区 虎ノ門二丁目 10 番
1 号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 朝日 聡明
(ASAHI, Toshiaki) [JP/JP]; 〒335-8502 埼玉県 戸田市
新曽南 3 丁目 17 番 35 号 株式会社日鉱マテリア

ルズ戸田工場内 Saitama (JP). 佐藤 賢次 (SATO, Kenji)
[JP/JP]; 〒335-8502 埼玉県 戸田市 新曽南 3 丁目
17 番 35 号 株式会社日鉱マテリアルズ 戸田工
場内 Saitama (JP). 荒川 篤俊 (ARAKAWA, Atsutoshi)
[JP/JP]; 〒335-8502 埼玉県 戸田市 新曽南 3 丁目
17 番 35 号 株式会社日鉱マテリアルズ 戸田工
場内 Saitama (JP).

(74) 代理人: 荒船 博司 (ARAFUNE, Hiroshi); 〒162-0832
東京都 新宿区 岩戸町 18 番地 日交神楽坂ビル 5 階
Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, US.

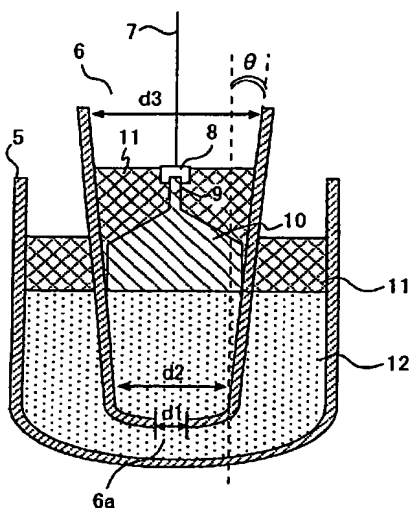
(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL,
PT, SE, SI, SK, TR).

添付公開書類:
— 国際調査報告書
— 補正書・説明書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: PRODUCTION METHOD FOR COMPOUND SEMICONDUCTOR SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: 化合物半導体単結晶の製造方法



(57) Abstract: A production method for a compound semiconductor single crystal by means of a liquid encapsulation Czochralski method in which a semiconductor material and a sealant are stored in a material melt storing unit composed of a bottomed, cylindrical first crucible and a second crucible disposed inside of the first crucible and provided in the bottom thereof with a communication hole with the first crucible, the material storing unit is heated to melt the material, a seed crystal is contacted with the material melt surface that is kept covered with the sealant, and crystal is grown while the seed crystal is pulled up, wherein a heater temperature is so controlled that the diameter of a grown crystal is almost equal to the inner diameter of the second crucible, and crystal is grown with the surface of a growing crystal kept covered with the sealant until crystal growth is completed.

502,228



WO 03/068696 A1



(57) 要約:

有底円筒形の第1のルツボと、該第1のルツボの内側に配置され底部に前記第1のルツボとの連通孔を設けた第2のルツボとから構成された原料融液収容部に半導体原料と封止剤を収容し、前記原料収容部を加熱して原料を熔融させ、前記封止剤に覆われた状態で該原料融液表面に種結晶を接触させて該種結晶を引き上げながら結晶成長させる液体封止チョクラルスキー法による化合物半導体単結晶の製造方法において、成長結晶の直径が前記第2のルツボの内径と略同一となるようにヒータ温度を制御し、結晶成長が終了するまで成長結晶の表面が前記封止剤に覆われた状態を保持しながら結晶を成長させるようにした。

明細書

化合物半導体単結晶の製造方法

5 技術分野

本発明は、化合物半導体単結晶の製造方法に関し、特に、液体封止チョクラルスキー（LEC）法により、例えばZnTe系化合物半導体単結晶を製造する方法に適用して有用な技術に関する。

10

背景技術

現在、ZnTe系化合物半導体単結晶は、純緑色の光発光素子に利用できる結晶として期待されている。

15 一般に、ZnTe系化合物半導体単結晶は、石英のアンプル内の一端に原料となるZnTe多結晶を配置し、該ZnTe多結晶を加熱して融点近くの温度で昇華させるとともに石英アンプルの反対側に配置された基板上にZnTe単結晶を析出させる気相成長方法により製造されることが多い。この方法により、最大で20mm×20mm程度の矩形状のZnTe単結晶基板が得られている。最近では、光発光素子としての発光特性をさらに高めるために結晶の導電性を高める工夫がなされ、その方法としてリンや砒素などの不純物を結晶中に添加する方法が行われている。

20 また、垂直ブリッジマン（VB）法や垂直温度勾配徐冷（VG F）法を利用してZnTe系化合物半導体単結晶の成長を行うこともできる。VB法やVG F法は結晶成長時に不純物を添加することが可能であるため、不純物の添加により結晶の導電性を制御することが容易であるという利点がある。また、原料融液の液面を封止剤で覆うことにより融液上部から不純物が混入されて単結晶化が阻害されるのを防止するとともに、融液中の温度ゆらぎを小さく抑える工夫がなされている。

25 ところが、気相成長法によるZnTe系化合物半導体結晶の成長においては成

長途中に所望の不純物を添加することは難しく、ZnTe系化合物半導体単結晶の抵抗率を制御するのが困難であった。また、気相成長法ではZnTe結晶の成長速度が著しく遅いために十分な大きさの単結晶を得ることが困難であり、生産性が低いという欠点があった。

- 5 さらに、気相成長法によりZnTe化合物半導体単結晶を成長させ20mm×20mm程度の比較的大きな基板が取得出来たとしても、生産性が低いために基板自体が非常に高価なものとなり、ZnTe化合物半導体単結晶を用いた素子開発の障壁になるという問題もあった。

10 このような理由から、気相成長法によるZnTe化合物半導体単結晶の製造は、工業生産方法としては実用的でなかった。

一方、VB法やVGF法によるZnTe系化合物半導体単結晶の製造は、大型の結晶が成長できる反面、封止剤で覆われた状態で冷却して結晶を成長するので、封止剤と成長結晶との熱膨張率の差により結晶が割れてしまうという事態がしばしば生じた。

- 15 また、VB法やVGF法と同様に、LEC法も不純物を添加することが可能であるため不純物の添加により結晶の導電性を制御することが容易であるという利点を有するが、この方法を用いて大型のZnTe化合物半導体単結晶が成長された例はほとんど無かった。

20 本発明は、大型のZnTe系化合物半導体単結晶、またはその他の化合物半導体単結晶を優れた結晶品質で成長できる化合物半導体単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

発明の開示

- 25 本発明は、上記目的を達成するために、有底円筒形の第1のルツボと、該第1のルツボの内側に配置され底部に前記第1のルツボとの連通孔を設けた第2のルツボとから構成された原料融液収容部に半導体原料と封止剤を収容し、前記原料収容部を加熱して原料を溶融させ、前記封止剤に覆われた状態で該原料融液表面に種結晶を接触させて該種結晶を引き上げながら結晶成長させる液体封止チョクルスキー法による化合物半導体単結晶の製造方法であって、成長結晶の直径が

前記第2のルツボの内径と略同一となるようにヒータ温度を制御し、結晶成長が終了するまで成長結晶の表面が前記封止剤に覆われた状態を保持しながら結晶を成長させるようにしたものである。

これにより、結晶表面から構成成分が蒸発するのを防止できるので、封止剤中の温度勾配を非常に小さくすることができ、品質に優れた結晶を成長させることができる。また、封止剤中の温度勾配を小さくすることで原料融液中の温度揺らぎを抑制できるので、ZnTeのような従来単結晶が得られにくいとされていた材料でも種結晶からの育成が可能となる。

また、ヒータ温度を制御することで成長結晶の直径を第2のルツボ内径と略同一とすることができるので、容易に所望の直径の単結晶を得ることができるうえ、成長結晶の直径制御のための比較的複雑な温度制御プログラム等は基本的には必要なくなる。

また、前記封止剤の添加量は、結晶成長に伴い成長結晶と前記第2のルツボとの間に生じた空間を充填し成長結晶の表面全体を覆うことが可能な量に設定するようにした。つまり、封止剤が成長結晶と第2のルツボとの間に生じた空間を充填してもなお成長結晶上面に残留するように添加量を調整するようにした。これにより、成長結晶は確実に封止剤に覆われた状態で保持されるので、成長結晶の構成元素が蒸発することはない。

また、前記第2のルツボとしてルツボ上部の内径よりルツボ底部の内径の方が小さいテーパ構造を有するルツボを用いるようにした。これにより、引き上げられた成長結晶の直径は第2のルツボの対応する位置での内径よりも小さくなり、成長結晶は成長界面以外でルツボ壁面と接触することがなくなるので良質の結晶を得ることができる。

また、前記第2のルツボは、側面が鉛直方向に対して0.2°から10°の範囲で傾斜してテーパを形成するのが望ましい。これにより、成長結晶と第2のルツボの間に生じる空間の容積は比較的小さくなるので、封止剤の量を極端に多くすることなく成長結晶の全表面を封止剤で覆うことができる。

また、前記第1のルツボに収容された原料融液に前記第2のルツボを10mmから40mmの範囲で浸漬させるようにし、前記連通孔の直径を前記第2のルツ

ポの内径の $1/5$ 以下とした。これにより、第2のルツボ内の原料融液中の温度ゆらぎを効率よく抑えることができるので、良質な単結晶を成長させることができる。また、第1のルツボとの連結路が限定されるので、第2のルツボ内の原料融液中に異物等が混入しても、第2のルツボを引き上げることでにより第2のルツボから第1のルツボに異物を排除し、成長される結晶に異物が混入するのを防

5 止できる。

また、ドーパントなどの不純物を添加した場合に、第1のルツボ内の原料融液中の不純物濃度と第2のルツボ内の原料融液中の不純物濃度には差が生じるが、第2のルツボの連結孔の大きさを第2のルツボの内径の $1/5$ 以下で変更することにより、融液中の不純物濃度の差を制御し、第2のルツボ内の原料融液中の不純物濃度を一定に保つことが可能となる。

10

また、前記原料融液中の温度勾配を少なくとも $20^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以下とすることにより、多結晶や双晶が生じるのを防止することができる。なお、成長結晶は常に封止剤に覆われているので、温度勾配を小さくしても分解の虞はない。

15

図面の簡単な説明

図1は、本発明の実施形態に使用される結晶成長装置の概略構成図である。

図2は、図1の結晶成長装置における原料収容部の拡大図である。

20 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の好適な実施の形態を図面に基づいて説明する。

図1は本実施形態に係る結晶成長装置の概略構成図であり、図2は原料収容部の拡大図である。

本実施形態の結晶成長装置100は、高圧容器1と、その内部に高圧容器と同心円上に配置された断熱材2および加熱ヒータ3と、高圧容器1の中央部に垂直に配置された回転軸4と、回転軸4の上端に配置されたサセプタ13と、サセプタに嵌合された有底円筒状をしたpBN製の外ルツボ（第1のルツボ）5と、外ルツボ5の内側に配置されたpBN製の内ルツボ（第2のルツボ）6と、内ルツボ6の上方に垂直に設けられ下端に種結晶9を固定する種結晶保持具8を備えた

25

回転引き上げ軸 7 と、で構成される。

内ルツボ 6 は、底面に外ルツボ 5 と連通する連通孔 6 a を有しており、この連通孔を介して原料融液 1 2 が外ルツボ 5 から内ルツボ 6 に移動できるようにしている。なお、内ルツボ 6 は適当な保持具（図示しない）により外ルツボ 5 あるいはその他の治具に固定される。

また、内ルツボ 6 は、上部の内径より底部の内径の方が小さいテーパ構造を有しているので、引き上げられた成長結晶の直径は第 2 のルツボの対応する位置での内径よりも小さくなり、成長結晶は成長界面以外でルツボ壁面と接触することがなくなる。また、結晶成長中に成長結晶と第 2 のルツボの間に生じる空間の容積は比較的小さくして該空間への封止剤の回り込み量を少なくするため、内ルツボの側面は鉛直方向に対して $0.2^\circ \sim 10^\circ$ の範囲で傾斜してテーパを形成するのが望ましい。

また、回転引き上げ軸 7 は高圧容器外に配置された駆動部（図示しない）に連結され回転引き上げ機構を構成する。回転軸 4 は高圧容器外に配置された駆動部（図示しない）に連結されルツボ回転機構を構成するとともに、サセプタ昇降機構を構成する。なお、回転引き上げ軸 7 およびルツボ回転軸 4 の回転並びに昇降移動の運動は、それぞれ独立に設定・制御される。

上述した結晶成長装置を用いて、液体封止チョクラルスキー法により、種結晶から成長した単結晶棒を回転させつつ引き上げて、その下端に高純度の単結晶を成長させることができる。

次に、結晶成長装置 100 を用いて、化合物半導体の一例として ZnTe 化合物半導体単結晶を製造する方法について具体的に説明する。

本実施形態では、外ルツボ 5 として内径 100 mm ϕ \times 高さ 100 mm \times 肉厚 1 mm の pBN 製ルツボを使用し、内ルツボ 6 として内径 54 mm ϕ （底部 d 2） \sim 56 mm ϕ （上部 d 3） \times 高さ 100 mm \times 肉厚 1 mm のテーパ構造をした pBN 製ルツボを使用した。このとき、内ルツボ 6 の側面の傾斜角 θ は鉛直方向に対して約 0.57° となる。

また、内ルツボ 6 の底面には中心部に直径（d 1）10 mm の連通孔 6 a を形成した。なお、連通孔 6 a の大きさは 10 mm に制限されず、内ルツボ 6 の内径

の 1 / 5 以下であればよい。

まず、原料として純度 6 N の Z n と 6 N の T e を、外ルツボ 5 および内ルツボ内に Z n と T e が等モル比となるように合計 1 . 5 k g 入れ、その上を 4 0 0 g の封止剤 (B ₂ O ₃) 1 1 で覆い、封止剤層の厚さが 3 5 m m となるようにした。

- 5 5 なお、内ルツボ 6 は、加熱ヒータ 2 により原料を融解した後、原料融液の液面から 2 0 m m の深さで浸漬した状態となるように保持具で固定した。なお、結晶成長に伴い原料融液は徐々に減少するが、回転軸 4 の昇降駆動によりサセプタ 1 3 (外ルツボ 5) を上昇させることにより内ルツボ 6 の浸漬状態を制御した。例えば、内ルツボ 6 が原料融液の液面から 1 0 m m ~ 4 0 m m の範囲で浸漬された状態
10 態で保持するようにした。

次に、前記ルツボ 5 , 6 をサセプタ 1 3 上に配置し、高圧容器 1 内を不活性ガス (例えば A r) で満たして所定の圧力となるように調整した。そして、封止剤で原料表面を抑えながら加熱ヒータ 2 を用いて所定の温度で加熱し、Z n と T e を融解して直接合成させた。

- 15 15 その後、原料を融解した状態で一定時間保持した後、種結晶 9 を原料融液の表面に接触させた。ここで、種結晶として結晶方位が (1 0 0) の種結晶を使用した。また、種結晶 9 が分解するのを防止するためにモリブデン製のカバー (図示しない) で種結晶を覆うようにした。

- そして、引き上げ回転軸 7 を 1 ~ 2 r p m の回転速度で回転させ、2 . 5 m m
20 / h の速度で引き上げながら結晶の肩部を形成した。続いて、肩部が形成された後、ルツボ回転軸を 1 ~ 5 r p m で回転させ、2 . 5 m m / h の速度で引き上げながら胴体部を形成した。このとき、図 2 に示すように成長結晶 1 0 の胴体部の直径は内ルツボ 6 の内径と略同一となるので、引き上げ速度およびルツボや引き上げ軸の回転速度により細かい直径制御をすることなく、容易に所望の直径の結
25 晶を得ることができた。

また、内ルツボ 6 がテーパ構造を有するようにしているので、結晶成長に伴い結晶 1 0 を引き上げる際に成長結晶 1 0 が成長界面以外でルツボ壁面と接触することはなかった。つまり、図 2 に示すように成長結晶 1 0 と内ルツボ 6 の間には隙間が生じ、その隙間に封止剤が回り込んで成長結晶表面を覆っている。これ

により、成長結晶が内ルツボ 6 の壁面に接触して結晶品質が低下するのを防止できた。

また、成長結晶 1 1 と内ルツボ 6 との間の隙間は小さいため結晶上部の封止剤 1 1 が隙間へ回り込む量は少なく結晶表面は常に封止剤 1 1 で覆われた状態で保持された。これにより、成長結晶 1 0 の構成元素が蒸発するのを防止して封止剤中の温度勾配を非常に小さくすることができたので、品質に優れた成長結晶を得ることができた。

本実施例では、内ルツボの側面の鉛直方向に対する傾斜角 θ は 0.57° としているが、側面の鉛直方向に対する傾斜角が $0.2^\circ \sim 10^\circ$ の範囲であればよい。

10 また、内ルツボ 6 内の原料融液中の温度ゆらぎは約 0.5°C で、内ルツボ 6 と外ルツボ 5 の間の原料融液中の温度ゆらぎは $1 \sim 2^\circ\text{C}$ であったことから、二重ルツボ構造とすることにより内ルツボ 6 内の温度ゆらぎが抑えられたことを確認できた。

さらに、結晶成長時の原料融液中の温度勾配は $10^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以下であったが、15 成長結晶 1 0 の表面は常に封止剤 1 1 で覆われていたので結晶の分解は生じなかった。

以上のようにして、液体封止チョクラルスキー法による結晶成長を行い、結晶成長後に封止剤 1 1 から成長結晶 1 0 を切り離して割れない ZnTe 化合物半導体結晶を得た。得られた ZnTe 化合物半導体結晶は、多結晶や双晶の発生し20 ていない極めて良好な単結晶であった。また、成長した結晶の大きさは直径 $54\text{ mm } \phi \times$ 長さ 60 mm であり、従来困難とされていた ZnTe 系化合物半導体単結晶の大型化を実現することができた。

以上本発明者によってなされた発明を実施例に基づき具体的に説明したが、本発明は上記実施例に限定されるものではない。

25 例えば、上記実施の形態では内ルツボ 6 の底面に直径 $10\text{ mm } \phi$ の連通孔を一つ形成したが、連通孔の数は一つに制限されず複数の連通孔を設けるようにしても温度ゆらぎの抑制等の効果が得られると考えられる。

また、原料融液中にドーパントとしての不純物を添加することにより、容易に結晶の導電性を制御することが可能となる。このとき、外ルツボ 5 内の原料融液

中の不純物濃度と内ルツボ 6 内の原料融液中の不純物濃度には差が生じるが、第 2 のルツボの連結孔の大きさを第 2 のルツボの内径の $1/5$ 以下で変更することにより、原料融液中の不純物濃度の差を制御し、内ルツボ 6 内の原料融液中の不純物濃度を一定に保つことが可能となる。

- 5 本発明によれば、有底円筒形の第 1 のルツボと、該第 1 のルツボの内側に配置され底部に前記第 1 のルツボとの連通孔を設けた第 2 のルツボとから構成された原料融液収容部に半導体原料と封止剤を収容し、前記原料収容部を加熱して原料を熔融させ、前記封止剤に覆われた状態で該原料融液表面に種結晶を接触させて該種結晶を引き上げながら結晶成長させる液体封止チョクラルスキー法による化合物半導体単結晶の製造方法において、成長結晶の直径が前記第 2 のルツボの内径と略同一となるようにヒータ温度を制御し、結晶成長が終了するまで成長結晶の表面が前記封止剤に覆われた状態を保持しながら結晶を成長させるようにしたので、複雑な直径制御をすることなく容易に所望の直径の結晶を得ることができるとともに、結晶成長中に結晶表面から構成成分が蒸発するのを防止でき、品質
- 10
- 15 に優れた結晶を成長させることができるという効果を奏する。

また、二重ルツボ構造とすることにより、ルツボに収容された原料融液中の温度ゆらぎを抑制することができるので、双晶や多結晶の発生を防止でき、極めて良質な結晶を得ることができるという効果を奏する。

20

産業上の利用可能性

本発明は、ZnTe 化合物半導体単結晶に限らず、ZnTe を含む三元以上の ZnTe 系化合物半導体単結晶やその他の化合物半導体単結晶の製造において利用できる可能性がある。

25

請求の範囲

1. 有底円筒形の第1のルツボと、該第1のルツボの内側に配置され底部に前記第1のルツボとの連通孔を設けた第2のルツボとから構成された原料融液収容部に半導体原料と封止剤を収容し、前記原料収容部を加熱して原料を熔融させ、前記封止剤に覆われた状態で該原料融液表面に種結晶を接触させて該種結晶を引き上げながら結晶成長させる液体封止チョクラルスキー法による化合物半導体単結晶の製造方法であって、

成長結晶の直径が前記第2のルツボの内径と略同一となるようにヒータ温度を制御し、結晶成長が終了するまで成長結晶の表面が前記封止剤に覆われた状態を保持しながら結晶を成長させることを特徴とする化合物半導体単結晶の製造方法。

2. 前記封止剤の添加量は、結晶成長に伴い成長結晶と前記第2のルツボとの間に生じた空間を充填し成長結晶の表面全体を覆うことが可能な量に設定することを特徴とする請求項1に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

3. 前記第2のルツボとしてルツボ上部の内径よりルツボ底部の内径の方が小さいテーパ構造を有するルツボを用いることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

4. 前記第2のルツボは、側面が鉛直方向に対して 0.2° から 10° の範囲で傾斜していることを特徴とする請求項3に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

5. 前記第1のルツボに収容された原料融液に前記第2のルツボが 10 mm から 40 mm の範囲で浸漬された状態で結晶成長を行うことを特徴とする請求項1から請求項4の何れかに記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

6. 前記連通孔の直径を前記第2のルツボの内径の $1/5$ 以下とすることを特徴とする請求項1から請求項5の何れかに記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

7. 前記原料融中の温度勾配を少なくとも $20^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以下とすることを特徴とする請求項 1 から請求項 6 の何れかに記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

補正書の請求の範囲

[2003年5月20日(20.05.03)国際事務局受理;
出願当初の請求の範囲1は補正された;他の請求の範囲は変更なし。]

1. 有底円筒形の第1のルツボと、該第1のルツボの内側に配置され底部に前記第1のルツボとの連通孔を設けた第2のルツボとから構成された原料融液収容部に半導体原料と封止剤を収容し、前記原料収容部を加熱して原料を熔融させ、前記封止剤に覆われた状態で該原料融液表面に種結晶を接触させて該種結晶を引き上げながら結晶成長させる液体封止チョクラルスキー法による化合物半導体単結晶の製造方法であって、

結晶と原料融液との界面において成長結晶の直径が前記界面における前記第2のルツボの内径と一致するように結晶化させ、前記第2のルツボの内壁によって前記成長結晶の直径を制御し、結晶成長が終了するまで成長結晶の表面が前記封止剤に覆われた状態を保持しながら結晶を成長させることを特徴とする化合物半導体単結晶の製造方法。

2. 前記封止剤の添加量は、結晶成長に伴い成長結晶と前記第2のルツボとの間に生じた空間を充填し成長結晶の表面全体を覆うことが可能な量に設定することを特徴とする請求項1に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

3. 前記第2のルツボとしてルツボ上部の内径よりルツボ底部の内径の方が小さいテーパ構造を有するルツボを用いることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

4. 前記第2のルツボは、側面が鉛直方向に対して 0.2° から 10° の範囲で傾斜していることを特徴とする請求項3に記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

5. 前記第1のルツボに収容された原料融液に前記第2のルツボが10mmから40mmの範囲で浸漬された状態で結晶成長を行うことを特徴とする請求項1から請求項4の何れかに記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

6. 前記連通孔の直径を前記第2のルツボの内径の $1/5$ 以下とすることを特徴とする請求項1から請求項5の何れかに記載の化合物半導体単結晶の製造方法。

条約19条(1)に基づく説明書

請求の範囲第1項において、「成長結晶の直径が前記第2のルツボの内径と略同一となるようにヒータ温度を制御し、」とあるのを、「結晶と原料融液との界面において成長結晶の直径が前記界面における前記第2のルツボの内径と一致するように結晶化させ、前記第2のルツボの内壁によって前記成長結晶の直径を制御し、」と補正し、本願発明では成長結晶の直径が第2ルツボの内壁によって制御されることを明確にした。

引用文献には2重ルツボ構造の結晶成長装置を用いたエピタキシャル成長方法、および液体封止剤で表面を覆いながら結晶を成長させるLEC法に関する記載があるが、何れの文献でもヒータ制御等により直径が内ルツボ(第2のルツボ)の直径よりも小さくなるように結晶を成長させている(結晶と内ルツボの内壁との間に隙間がある)。これに対して、本願発明では結晶と原料融液との界面において成長結晶の直径が前記界面における内ルツボの内径と一致するように結晶化させているので、引用文献とは明らかに異なる。

本願発明では、内ルツボの内径に合わせて直径を制御するため、結晶成長過程において温度を0～10℃/minの範囲で降温するだけでよいので、温度揺らぎが極めて小さくなり双晶等の欠陥を抑制することができるという効果がある。

1 / 1

図 1

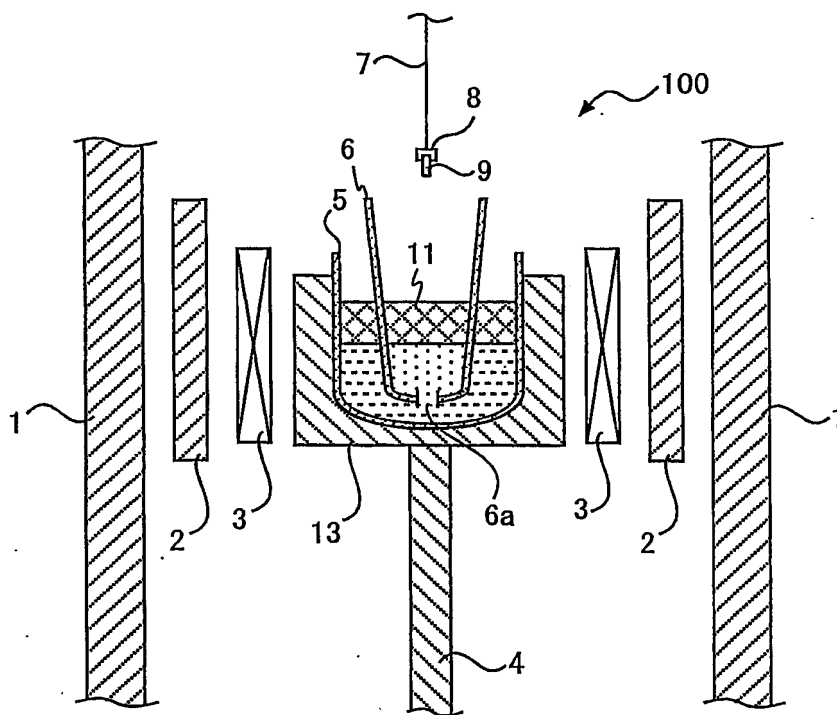
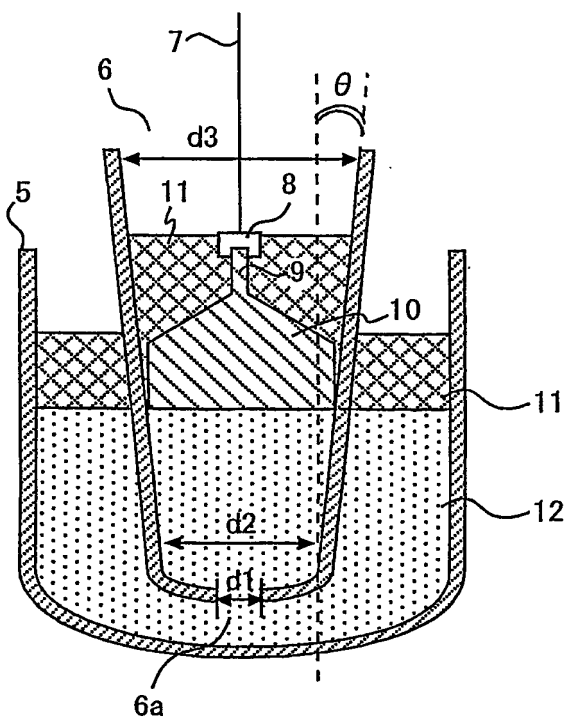


図 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/13165

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C03B15/12, C30B29/48

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y —	JP 61-26590 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 05 February, 1986 (05.02.86), Description, page 4, upper left column, lines 6 to 19; page 8, upper right column, line 17 to lower right column, line 7; Fig. 4 (Family: none)	1, 2, 5-7 3
X Y —	JP 63-195188 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 12 August, 1988 (12.08.88), Description, examples; Figs. 1, 2 (Family: none)	1, 2, 5-7 3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
24 March, 2003 (24.03.03)

Date of mailing of the international search report
08 April, 2003 (08.04.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/13165

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 62-288193 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 15 December, 1987 (15.12.87), Figs. 1, 3(A)-(C) (Family: none)	3
X	JP 60-27693 A (Toshiba Corp.), 12 February, 1985 (12.02.85), Description, page 3, upper left column, line 13 to lower right column, line 9 (Family: none)	1,2

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. ⁷ C30B15/12, C30B29/48

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 61-26590 A (住友電気工業株式会社), 1986.02.05, 明細書4頁左上欄6-19行, 8頁右上欄 17行-右下欄7行, 第4図 (ファミリーなし)	1, 2, 5- 7 3
X Y	JP 63-195188 A (住友電気工業株式会社), 1988.08.12, 明細書実施例, 第1図, 第2図 (ファミリ ーなし)	1, 2, 5- 7 3
Y	JP 62-288193 A (住友電気工業株式会社), 1987.12.15, 第1図, 第3図(A)-(C) (ファミリーなし)	3

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

24.03.03

国際調査報告の発送日

08.04.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

藤原 敬士

4G

8406

電話番号 03-3581-1101 内線 3414

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 60-27693 A (株式会社東芝), 1985. 02. 12, 明細書3頁左上欄13行-右下欄9行 (ファミリーなし)	1, 2